# This Page Is Inserted by IFW Operations and is not a part of the Official Record

# **BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

# IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning documents will not correct images, please do not report the images to the Image Problem Mailbox.

# 日本国特許庁 JAPAN PATENT OFFICE



別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office

出願年月日

Date of Application:

2000年12月27日

出願番号

Application Number:

特願2000-398911

出 願 人
Applicant(s):

株式会社島津製作所

2001年 9月18日

特 許 庁 長 官 Commissioner, Japan Patent Office





#### 特2000-398911

【書類名】 特許願

【整理番号】 K1000788

【提出日】 平成12年12月27日

【あて先】 特許庁長官殿

【国際特許分類】 G01J 3/10

【発明者】

【住所又は居所】 京都府京都市中京区西ノ京桑原町1番地 株式会社島津

製作所内

【氏名】 豊後 一

【特許出願入】

【識別番号】 000001993

【氏名又は名称】 株式会社島津製作所

【代理人】

【識別番号】 100085464

【弁理士】

【氏名又は名称】 野口 繁雄

【手数料の表示】

【予納台帳番号】 037017

【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 図面 1

【物件名】 要約書 1

【包括委任状番号】 9110906

【プルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 分光光度計

#### 【特許請求の範囲】

【請求項1】 光源からの光を検出位置に照射する光学系と、検出位置からの光を検出する光検出部と、光源と検出位置との間の光路上又は検出位置と光検出部との間の光路上に設けられた分光素子の角度を変化させる分光素子駆動機構と、光検出部及び分光素子駆動機構からの電気信号に基づいて検出位置に0次光又は輝線が照射される分光素子の基準位置を検出する基準位置検出部とを備えた分光光度計において、

光源として、検出に用いる波長域の光を照射するための検出用ランプと、検出 に用いる波長域に輝線をもつ波長チェック用ランプとを内蔵したことを特徴とす る分光光度計。

【請求項2】 前記検出用ランプとしてD<sub>2</sub>ランプを備え、前記波長チェック用ランプとして低圧水銀ランプを備えている請求項1に記載の分光光度計。

【請求項3】 少なくとも前記検出用ランプ及び前記波長チェック用ランプのいずれかはシースルータイプであり、前記検出用ランプと前記波長チェック用ランプは同じ光路上に配置されている請求項1又は2に記載の分光光度計。

【請求項4】 前記基準位置検出部は、電源投入時に、前記波長チェック用ランプのみを点灯して波長チェック用ランプの輝線の基準位置を検出した後、前記検出用ランプを点灯して検出用ランプの0次光の基準位置又はさらに輝線の基準位置を検出するように、前記検出用ランプ及び前記波長チェック用ランプの点灯及び消灯、並びに前記分光素子駆動機構及び前記光検出部の動作を制御する請求項1から3のいずれかに記載の分光光度計。

#### 【発明の詳細な説明】

[0001]

# 【発明の属する技術分野】

本発明は、分光光度計に関するものである。分光光度計は単独でも、又は液体クロマトグラフなどの検出部としても用いられる。

[0002]

# 【従来の技術】

図3は、従来の分光光度計を示す概略構成図である。

光源としてのD<sub>2</sub>ランプ(重水素放電管)2からの光は、レンズやミラー、スリットなどからなる光学系(図示は省略)を介してミラー4に送られる。ミラー4で反射された光はグレーティング6に送られ、グレーティング6により分光され、特定波長の光がミラー8を介して、検出位置に配置されたフローセル10に照射される。セル10からの光は、光センサであるフォトダイオード12により検出される。

#### [0003]

グレーティング6はグレーティング駆動用モータ14により回転し、グレーティング6の角度に応じてミラー8、ひいてはセル10に異なる波長の光を送る。また、グレーティング6の角度を決定する際に基準になる所定の位置(ホームポジション)を検出するグレーティングホームポジションセンサ16が備えられている。

# [0004]

このようなUV検出器では、設定された波長どおりに正しく分光されていることを確認するため、電源投入時に、セル10にD<sub>2</sub>ランプの0次光が入射するグレーティング6の位置(原点位置という。0次光位置とも呼ばれる)と、D<sub>2</sub>ランプの486nmの輝線が入射するグレーティング6の位置(486nm輝線位置という)、及び656nmの輝線が入射するグレーティング6の位置(656nm輝線位置という)を検出して波長チェックを行なう。

図4は $D_2$ ランプのスペクトルを示す波形図である。

# [0005]

電源投入時の動作を説明すると、電源を投入後、D<sub>2</sub>ランプ2が点灯し、グレーティング駆動用モータ14によりセンサ16方向にグレーティング6を回転させる。センサ16が反応して「オン」から「オフ」になるとグレーティング6の回転は止められ、グレーティング6はホームポジションになる。

次に、セル10からの透過光を光センサ12により検出し、モニタしながら、 グレーティング駆動用モータ14を駆動させて、ホームポジションからグレーテ ィング6を1ステップづつ回転させ、予め定められた一定角度範囲を走査し、最もセル透過光量が大きくなるグレーティング6の位置を求め、その位置を原点位置として記憶する。

[0006]

さらに、その原点位置を基準にして、グレーティング6を1ステップづつ回転させ、グレーティング6の486nm輝線位置及び656nm輝線位置の検出を行なう。グレーティング駆動用モータ14のステップ数と波長との予め決められた関係式から、486nm輝線位置及び656nm輝線位置に対応する原点位置からのステップ数をそれぞれ算出する。輝線を検出したときのステップ数と関係式により求めたステップ数とを比較して、波長チェックを行なう。

[0007]

# 【発明が解決しようとする課題】

図3に示した分光光度計を液体クロマトグラフの検出器に適用する場合、一般に、液体クロマトグラフではサンプルによる光の吸収が210nm~300nm付近の短波長域で起こるので、検出波長を短波長域に設定して使用される(図4中、検出に用いる波長域の矢印参照)。

図3に示した分光光度計では、検出に用いる短波長域とは異なる波長域(486nm及び656nm)で波長チェックを行なっている。このように、検出に用いる波長域と波長チェックに用いる波長域が異なる場合は波長精度が低下するので、検出に用いる波長域で波長チェックを行なうことが好ましい。

[0008]

そこで本発明は、検出に用いる波長域で波長チェックを行なうことができる分 光光度計を提供することを目的とするものである。

[0009]

#### 【課題を解決するための手段】

本発明の分光光度計は、光源からの光を検出位置に照射する光学系と、検出位置からの光を検出する光検出部と、光源と検出位置との間の光路上又は検出位置と光検出部との間の光路上に設けられた分光素子の角度を変化させる分光素子駆動機構と、光検出部及び分光素子駆動機構からの電気信号に基づいて検出位置に

○次光又は輝線が照射される分光素子の基準位置を検出する基準位置検出部とを 備えた分光光度計であって、光源として、検出に用いる波長域の光を照射するた めの検出用ランプと、検出に用いる波長域に輝線をもつ波長チェック用ランプと を内蔵したものである。

#### [0010]

波長チェック用ランプの輝線で検出に用いる波長域にあるものを使用して分光 素子の基準位置を検出することにより、検出に用いる波長域での波長チェックを 行なう。これにより、分光波長の精度を向上させることができる。

本明細書において、基準位置とは、検出用ランプの0次光が入射する分光素子の原点位置、並びに検出用ランプ及び波長チェック用ランプの輝線が入射する分光素子の輝線位置をいう。

#### [0011]

#### 【発明の実施の形態】

本発明の分光光度計において、検出用ランプと波長チェック用ランプの組み合わせの一例は、検出用ランプとしてのD<sub>2</sub>ランプと、波長チェック用ランプとしての低圧水銀ランプである。

#### [0012]

本発明の分光光度計において、少なくとも検出用ランプ及び波長チェック用ランプのいずれかはシースルータイプであり、検出用ランプと波長チェック用ランプは同じ光路上に配置されていることが好ましい。その結果、検出用ランプの光路と波長チェック用ランプの光路とを合わせることができ、波長チェックの信頼性を向上させることができる。その配置構成例としては、検出用ランプとしてシースルータイプのものを用いて、波長チェック用ランプ、検出用ランプ、光学系の順に配置する構成、又は波長チェック用ランプとしてシースルータイプのものを用いて、検出用ランプ、波長チェック用ランプ、光学系の順に配置する構成が挙げられる。

#### [0013]

本発明の分光光度計において、特に、検出用ランプと波長チェック用ランプは同じ光路上に配置する構成において、検出用ランプと波長チェック用ランプとを

同時に点灯した状態で波長チェックを行なうと、検出用ランプと波長チェック用 ランプの組み合わせによっては、輝線を検出できない場合がある。

例えば、検出用ランプとして $D_2$ ランプを用い、波長チェック用ランプとして254 n mに輝線をもつ低圧水銀ランプを用いる場合、図5に示す低圧水銀ランプのスペクトル(実線)と $D_2$ ランプのスペクトル(破線)から分かるように、254 n mでの光の強度は $D_2$ ランプの方が強いので、 $D_2$ ランプと低圧水銀ランプを同時に点灯した状態では低圧水銀ランプの254 n m 輝線を検出できないという不具合が生じる。

#### [0014]

このような不具合を解決するには、波長チェック用ランプとしての水銀ランプの輝線をチェックするときには検出用ランプとしてのD<sub>2</sub>ランプを消す必要がある。しかし、検出用ランプの点灯と消灯を繰り返すと、検出用ランプの寿命が短くなるという問題があった。

# [0015]

そこで、本発明の分光光度計において、基準位置検出部は、電源投入時に、波長チェック用ランプのみを点灯して波長チェック用ランプの輝線の基準位置を検出した後、検出用ランプを点灯して検出用ランプの0次光の基準位置又はさらに輝線の基準位置を検出するように、検出用ランプ及び波長チェック用ランプの点灯及び消灯、並びに分光素子駆動機構及び光検出部の動作を制御することが好ましい。その結果、電源投入時の波長チェック時において検出用ランプを消灯する必要はないので、検出用ランプの点灯を1回だけにすることができ、検出用ランプの寿命の低下を抑制できる。

# [0016]

#### 【実施例】

図1は、一実施例を示す一部ブロック図を含む概略構成図である。図3と同じ 部分には同じ符号を付す。

光源として $D_2$ ランプ 2 と低圧水銀ランプ 1 8 が内蔵されている。 $D_2$ ランプ 2 は電源部 2 0 に電気的に接続されており、電源部 2 0 により点灯及び消灯される。低圧水銀ランプ 1 8 は電源部 2 2 に電気的に接続されており、電源部 2 2 によ

り点灯及び消灯される。 $D_2$ ランプ 2 及び低圧水銀ランプ 1 8 は同じ光路上に配置されている。 $D_2$ ランプ 2 はシースルータイプであり、低圧水銀ランプ 1 8 からの光が $D_2$ ランプを透過するようになっている。

# [0017]

 $D_2$ ランプ2及び低圧水銀ランプ18の光路からの光は、レンズやミラー、スリットなどからなる光学系(図示は省略)を介してミラー4に送られる。ミラー4で反射された光はグレーティング6に送られてグレーティング6により分光され、特定波長の光がミラー8を介して、検出位置に配置されたフローセル10に照射される。セル10からの光は、光検出部としてのフォトダイオード12により検出される。本発明を構成する光学系は、 $D_2$ ランプとミラー4との間に設けられた光学系、ミラー4、グレーティング6、ミラー8により構成される。

グレーティング6の周辺には分光素子駆動機構としてのグレーティング駆動用 モータ14と、グレーティングホームポジションセンサ16が備えられている。

#### [0018]

フォトダイオード 12、グレーティング駆動用モータ 14、ホームポジションセンサ 16 及び電源部 20, 22 は、電源投入時及び波長チェック時にこれらの動作を制御する基準位置検出部 24 に電気的に接続されている。基準位置検出部 24 にはグレーティング 6 の基準位置及び波長チェックの結果を記憶するための記憶部 26 が電気的に接続されている。記憶部 26 に記憶されているグレーティング 6 の基準位置は、例えば  $D_2$  ランプ 2 の 0 次光に対応した原点位置、低圧水銀ランプ 18 の 254 n m p 解除に対応した 254 n m p の 656 n m p 解除に対応した 254 n m p の 254 n m p 解除に対応した 254 n m p 位置、及び p の p の p の p の p に記憶するものであり、記憶部 p 26 に記憶された情報は装置の電源を切っても消去されない。

#### [0019]

図2は、この実施例の電源投入時の動作を示すフローチャートである。図1及 び図2を用いて、その動作を説明する。

装置の電源を投入すると、基準位置検出部24は記憶部26から前回の波長チェックの結果を読み出し、前回の波長チェックが正常であったか、異常であった

かを判断する(ステップS1)。

[0020]

ステップS1で前回の波長チェックが正常であったと判断した時(Yes)、記憶部26から前回の254 n m輝線位置を読み出す(ステップS2)。

電源部22を制御して低圧水銀ランプ18のみを点灯し(ステップS3)、グレーティング駆動用モータ14を駆動させて前回の254nm輝線位置付近でグレーティング6を走査し、セル10に254nm輝線が入射するグレーティング6の位置の検索を行なう(ステップS4)。このときD2ランプ2は消灯している。フォトダイオード12及びホームポジションセンサ16の検出信号に基づいて、セル10に254nm輝線が入射するグレーティング駆動用モータ14のステップ位置を検出し、そのステップ位置を254nm輝線位置として記憶部26に記憶する(ステップS5)。

[0021]

電源部22を制御して低圧水銀ランプ18を消灯した後(ステップS6)、電源部20を制御してD<sub>2</sub>ランプ2のみを点灯する(ステップS7)。グレーティング駆動用モータ14を駆動させ、フォトダイオード12及びホームポジションセンサ16の検出信号に基づいて、セル10に0次光が入射するグレーティング駆動用モータ14のステップ位置を検出し、そのステップ位置を原点位置として記憶部26に記憶する(ステップS8)。

[0022]

検出原点位置に基づいてグレーティング駆動用モータ14を駆動させ、フォトダイオード12の検出信号に基づいて、セル10に656nm輝線が入射するグレーティング駆動用モータ14のステップ位置を検出し、そのステップ位置を656nm輝線位置として記憶部26に記憶する(ステップS9)。

[0023]

グレーティング駆動用モータ14のステップ数と波長設定値との予め決められ た関係式から得られる254nm輝線位置及び656nm輝線位置と、実測した 254nm輝線位置及び656nm輝線位置との波長ズレ幅を計算して波長チェックを行ない(ステップS10)、波長チェック結果を表示し、記憶部26に記 憶する(ステップS11)。

[0024]

ステップS1に戻って説明を続けると、ステップS1で前回の波長チェックが 異常であったと判断した時(No)、電源部20を制御してD<sub>2</sub>ランプ2を点灯 する(ステップS12)。このとき低圧水銀ランプ18は消灯している。グレー ティング駆動用モータ14を駆動させ、フォトダイオード12及びホームポジションセンサ16の検出信号に基づいて、セル10に0次光が入射するグレーティ ング駆動用モータ14のステップ位置を検出し、そのステップ位置を原点位置と して記憶部26に記憶する(ステップS13)。

[0025]

電源部20を制御してD<sub>2</sub>ランプ2を消灯し(ステップS14)、電源部22 を制御して低圧水銀ランプ18のみを点灯する(ステップS15)。検出原点位 置に基づいてグレーティング駆動用モータ14を駆動させ、フォトダイオード1 2の検出信号に基づいて、セル10に254nm輝線が入射するグレーティング 駆動用モータ14のステップ位置を検出し、そのステップ位置を254nm輝線 位置として記憶部26に記憶する(ステップS16)。

[0026]

電源部 2 2 を制御して低圧水銀ランプ 1 8 を消灯し(ステップ S 1 7)、電源部 2 0 を制御して  $D_2$ ランプ 2 のみを点灯する(ステップ S 1 8)。その後、ステップ S 9 からステップ S 1 1 に沿って 6 5 6 n m 準線位置の検出及び波長チェックを行なう。

このように、低圧水銀ランプ18を用いて254nmの波長チェックを行なうので、D<sub>2</sub>ランプ2を短波長域用の光源として使用する場合であっても、検出位置に照射する光の波長の精度を向上させることができる。

[0027]

この実施例では、前回の波長チェックが正常だった場合、電源投入時に、D<sub>2</sub>ランプ2の原点位置を検出する前に、予め低圧水銀ランプ18だけを点灯して254nm輝線位置を検出し、その後、原点位置及び656nm輝線位置を検出して、後から254nm輝線位置を換算する。

これにより、電源投入時に $D_2$ ランプ2の点灯を1回だけ行なえば、原点位置の検出と254nm及び656nmの波長チェックを行なうことができるので、 $D_2$ ランプ2を2回点灯する場合に比べて $D_2$ ランプ2の寿命を延ばすことができる。

さらに、 $D_2$ ランプは点灯するのに約30秒のプレーヒートが必要であるが、前回の波長チェックが正常だった場合は $D_2$ ランプ2の点灯が1回だけで済むので、 $D_2$ ランプ2を2回点灯する場合に比べて波長チェックに要する時間を短縮することができる。

#### [0028]

この実施例では低圧水銀ランプ18点灯時に、254nm輝線に対応するステップ位置のみを検出しているが、本発明はこれに限定されるものではなく、185nm輝線、302nm輝線、365nm輝線及び436nm輝線(図5参照)のうちのいずれかもしくはこれらの組み合わせ又は全部に対応するステップ位置を検出するようにしてもよい。その場合、波長チェックの信頼性を向上させることができる。

# [0029]

この実施例では、シースルータイプの $D_2$ ランプ2を用いて $D_2$ ランプと低圧水銀ランプとを同じ光路上に配置しているが、本発明はこれに限定されるものではなく、シースルータイプの低圧水銀ランプを用いて $D_2$ ランプと低圧水銀ランプを同じ光路上に配置してもよいし、 $D_2$ ランプと低圧水銀ランプとの間に光路切換え機構を設けて光路切換え機構の切換えにより $D_2$ ランプ又は低圧水銀ランプのいずれかを選択するようにしてもよい。ただし、光路のズレを防止するために、 $D_2$ ランプと低圧水銀ランプを同じ光路上に配置することが好ましい。

#### [0030]

この実施例では分光素子であるグレーティング6を光源2,18と検出位置との間の光路上に設けているが、本発明はこれに限定されるものではなく、分光素子を検出位置と光検出部との間の光路上に設けてもよい。

この実施例では検出用ランプとしてD<sub>2</sub>ランプを、波長チェック用ランプとして低圧水銀ランプを用いているが、本発明を構成する光源はこれに限定されるも

のではなく、検出用ランプと、検出に用いる波長域に輝線をもつ波長チェック用 ランプであれば他のランプを用いてもよい。

[0031]

# 【発明の効果】

本発明による分光光度計では、光源として、検出に用いる波長域の光を照射するための検出用ランプと、検出に用いる波長域に輝線をもつ波長チェック用ランプとを内蔵し、波長チェック用ランプの輝線で検出に用いる波長域にあるものを使用して分光素子の基準位置を検出するようにしたので、検出に用いる波長域で波長チェックを行なうことができ、分光波長の精度を向上させることができる。

[0032]

さらに、少なくとも検出用ランプ及び波長チェック用ランプのいずれかはシースルータイプであり、検出用ランプと波長チェック用ランプは同じ光路上に配置されているようにすれば、検出用ランプの光路と波長チェック用ランプの光路とを合わせることができ、波長チェックの信頼性を向上させることができる。

[0033]

さらに、基準位置検出部により、電源投入時に、波長チェック用ランプのみを 点灯して輝線の基準位置を検出した後、検出用ランプを点灯して 0 次光の基準位 置又はさらに輝線の基準位置を検出するように検出用ランプ及び波長チェック用 ランプの点灯及び消灯、並びに分光素子駆動機構及び光検出部の動作を制御する ようにすれば、電源投入時の波長チェック時において検出用ランプを消灯する必 要はないので、検出用ランプの点灯を1回だけにすることができ、検出用ランプ の寿命の低下を抑制できる。

#### 【図面の簡単な説明】

【図1】

一実施例を示す一部ブロック図を含む概略構成図である。

【図2】

同実施例の電源投入時の動作を示すフローチャートである。

【図3】

従来の分光光度計を示す概略構成図である。

# 【図4】

 $D_2$ ランプのスペクトルを示す波形図である。

# 【図5】

低圧水銀ランプ及び $D_2$ ランプのスペクトルを示す波形図であり、実線は低圧水銀ランプ、破線は $D_2$ ランプを示す。

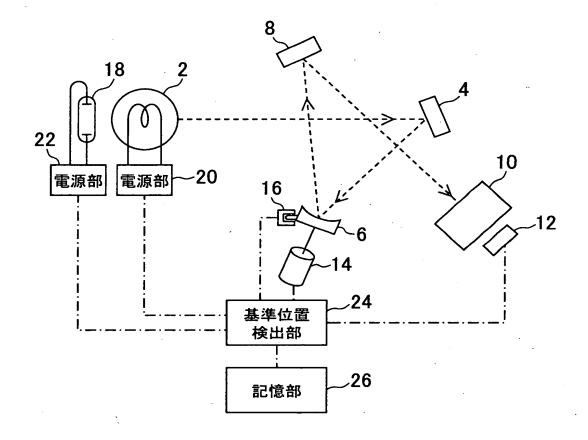
# 【符号の説明】

- 2 D<sub>2</sub>ランプ
- 4,8 ミラー
- 6 グレーティング
- 10 フローセル
- 12 フォトダイオード
- 14 グレーティング駆動用モータ
- 16 グレーティングホームポジションセンサ
- 18 低圧水銀ランプ
- 20,22 電源部
- 24 基準位置検出部
- 26 記憶部

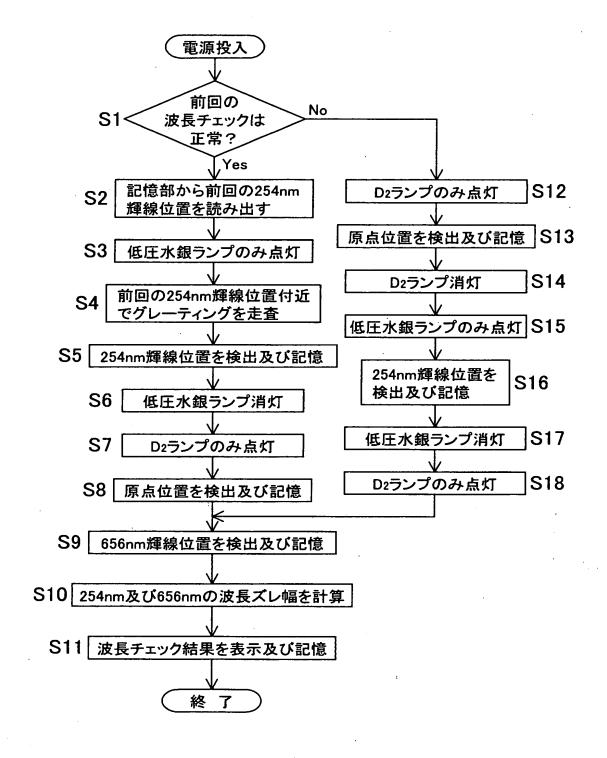
【書類名】

図面

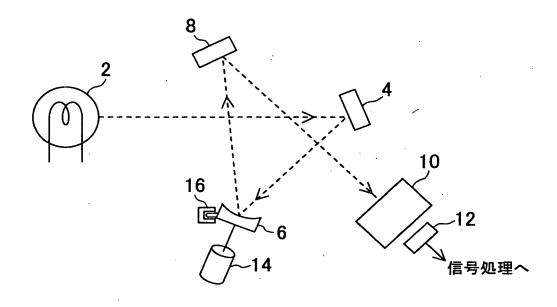
【図1】



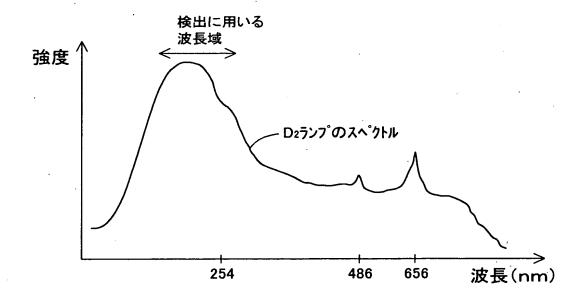
# 【図2】



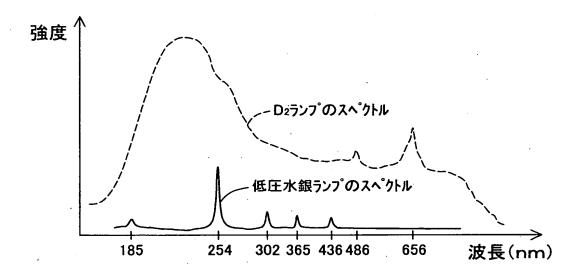
【図3】



【図4】



【図5】



【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 検出波長域と波長チェック波長域が異なる検出用ランプを用いる場合に、検出波長域で波長チェックを行なう。

【解決手段】 記憶部26から前回の254nm輝線に対応するモータ14のステップ位置(254nm輝線位置)を読み出し、低圧水銀ランプ18のみを点灯してグレーティング6を前回の254nm輝線位置付近で走査し、セル10に254nm輝線が入射する254nm輝線位置を検出する。低圧水銀ランプ18を消灯し、D2ランプ2のみを点灯した後、グレーティング6を走査してセル10に0次光が入射する原点位置及び656nm輝線が入射する656nm輝線位置を検出し、実測した254nm輝線位置及び656nm輝線位置に基づいて波長チェックを行なう。

【選択図】 図1

# 出願、人履を歴ー情を報

識別番号

[00001993]

1. 変更年月日 1990年 8月27日

[変更理由] 新規登録

住 所 京都府京都市中京区西ノ京桑原町1番地

氏 名 株式会社島津製作所